

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **10337**(13) **С1**(46) **2008.02.28**

(51) МПК (2006)

С 03С 10/00**А 61К 6/02**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СТОМАТОЛОГИЧЕСКОГО СТЕКЛОКЕРАМИЧЕСКОГО ОБЛИЦОВОЧНОГО МАТЕРИАЛА

(21) Номер заявки: а 20060613

(22) 2006.06.20

(43) 2008.02.28

(71) Заявитель: Учреждение образования
"Белорусский государственный техно-
логический университет" (ВУ)(72) Авторы: Богданович Ирина Аркадь-
евна; Костюшко Юрий Леонардо-
вич; Бобкова Нинель Мироновна;
Кузьменкова Наталия Михайловна
(ВУ)(73) Патентообладатель: Учреждение обра-
зования "Белорусский государствен-
ный технологический университет"
(ВУ)

(56) US 6797048 В2, 2004.

ВУ 1946 С1, 1997.

US 4798536, 1989.

JP 08040746 А, 1996.

US 5653791 А, 1997.

US 5698019 А, 1997.

US 4604366, 1986.

JP 2001-316130 А.

JP 08277145 А, 1996.

(57)

Способ получения стоматологического стеклокерамического облицовочного материала, включающий получение шихты и ее термообработку, **отличающийся** тем, что термообработку шихты осуществляют по режиму, включающему нагрев шихты со скоростью 400-800 °С/час до 1250-1415 °С, выдержку ее при этой температуре в течение 3-12 часов, снижение температуры со скоростью 100-300 °С/час до 900 °С и выдержку при этой температуре в течение 3-100 минут, подъем температуры до 1000-1200 °С и выдержку при этой температуре в течение 1-10 часов.

Изобретение относится к производству стоматологических материалов, в частности облицовочных стеклокерамических материалов для металлокерамических зубных протезов.

Известен способ получения полевошпатового зубного фарфора [1], содержащего в качестве кристаллической фазы лейцит с размером кристаллов до 35 мкм в количестве не менее 45 %. Стоматологический материал характеризуется высокими прочностными показателями (предел прочности при изгибе не менее 110 МПа), имеет температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) в диапазоне (13-15)·10⁻⁶К⁻¹. Способ включает приготовление шихты и ее термообработку по температурному режиму, включающему: нагрев шихты до температуры 1175-1286 °С со скоростью около 200 °С в час, выдержку расплава в течение 2-10 часов, охлаждение до температуры около 1040 °С со скоростью около 3 °С/мин и выдержку при этой температуре в течение 1-5 часов.

Недостатком данного способа является узкий диапазон значений ТКЛР материала, что не позволяет использовать его для всех сплавов, применяющихся для изготовления металлокерамических зубных протезов.

ВУ 10337 С1 2008.02.28

Наиболее близким к предлагаемому составу по технической сущности и достигаемому результату является способ получения стоматологического стеклокристаллического материала [2], включающий приготовление шихты из оксидов, гидроксидов и солей металлов, ее плавление при 1550-1750 °С в течение 2-5 часов и кристаллизацию расплава путем его охлаждения до 1300 °С со скоростью не более 100 °С/час. Материал содержит стеклофазу и кристаллы лейцита размером до 10 мкм в количестве до 43 %, характеризуется относительно широким диапазоном значений ТКЛР: $(12,0-17,5) \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$.

Недостатками данного способа являются относительно невысокие прочностные показатели стоматологического материала (предел прочности при изгибе не более 125 МПа) и высокая температура варки стекла.

Задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является разработка способа получения стоматологического стеклокерамического лейцитсодержащего облицовочного материала, характеризующегося более широким диапазоном значений ТКЛР, высокими прочностными показателями и более низкой температурой варки стекла.

Поставленная задача достигается тем, что способ получения стоматологического стеклокерамического облицовочного материала включает получение шихты и ее термообработку и отличается тем, что ее осуществляют по следующему режиму: нагрев шихты со скоростью 400-800 °С/час до 1250-1415 °С, выдержка ее при этой температуре в течение 3-12 часов, снижение температуры со скоростью 100-300 °С/час до 900 °С и выдержка при этой температуре в течение 3-100 минут, подъем температуры до 1000-1200 °С и выдержка при этой температуре в течение 1-10 часов.

Отличительным признаком, позволяющим решить поставленную задачу, является то, что в предложенном режиме термообработки предусмотрена стадия образования зародышей кристаллов лейцита при температуре около 900 °С, что позволяет управлять их размером и количеством и, соответственно, достигать более высоких прочностных показателей материала, а также в широком диапазоне регулировать ТКЛР материала.

Данный способ синтеза стеклокристаллического облицовочного материала позволяет получать продукт, характеризующийся пределом прочности при изгибе не менее 150 МПа и имеющим ТКЛР в диапазоне $(9,5-18,5) \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$.

Материал содержит стеклофазу и распределенную в ней кристаллическую фазу (лейцит) в количестве до 65 %. Высокая прочность и износостойкость материала обеспечивается равномерным распределением кристаллов лейцита с размером от 0,5 до 10 мкм в объеме стеклофазы.

Изобретение поясняется примером.

Приготавливается шихта для получения стоматологического облицовочного материала путем тщательного смешения следующих компонентов: SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , Na_2O , Li_2O , CaO , MgO , CeO_2 , BaO , ZrO_2 , P_2O_5 , B_2O_3 , ZnO , KNO_3 .

Шихту подвергают термообработке по следующему режиму: нагрев со скоростью 650 °С/час до температуры 1350 °С, выдержка при этой температуре в течение 6,5 часов, снижение температуры со скоростью 250 °С/час до температуры 900 °С и выдержка при этой температуре в течение 65 мин, подъем температуры до 1080 °С и выдержка при этой температуре в течение 7 часов. Далее полученный материал подвергают быстрому охлаждению, помолу до полного прохождения через сито № 0045.

Определение физико-механических характеристик (предела прочности при изгибе и температурного коэффициента термического расширения) проводим по стандартным методикам.

Подобным образом готовят ряд других образцов. Результаты приведены в таблице.

BY 10337 C1 2008.02.28

№ п/п	Параметры варки шихты			Параметры кристаллизации лейцита		Физико-механические свойства материала	
	Скорость подъема, °С/час	Температура варки, °С	Время выдержки, час	Выдержка при температуре зародышеобразования, мин	Выдержка при температуре роста кристаллов, час	ТКЛР, $\cdot 10^6 \text{K}^{-1}$	Предел прочности при изгибе, МПа
1	600	1250	4	3	1	9,5	151,5
2	400	1280	5	10	2,5	11,8	155,7
3	500	1300	5,5	25	3	13,0	159,3
4	600	1310	6	20	5,5	13,5	160,8
5	400	1315	8	55	6	14,1	167,7
6	700	1300	12	60	7	16,6	171,9
7	800	1390	10,5	100	8,5	17,0	180,0
8	600	1415	8	85	10	18,5	189,2
Аналог[1]	200	1175-1286	2-10	-	-	13,0-15,0	110-140
Прототип [2]	-	1550-1750	2-5	-	-	12,0-17,5	100-125

Как видно из данных, приведенных в таблице, предлагаемый способ получения стоматологического стеклокерамического облицовочного материала позволяет при более низкой по сравнению с прототипом температуре получать высокопрочный продукт, характеризующийся пределом прочности при изгибе не менее 150 МПа и имеющим широкий диапазон значений ТКЛР: $(9,5-18,5) \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$.

Стеклокерамический облицовочный материал может быть использован в стоматологической практике при протезировании зубов.

Источники информации:

1. Патент США 4.798.536, МПК А 61С 013/08; А 61С 013/083; С 03С 010/10. High strength feldspathic dental porcelains containing crystalline leucite. 1989.
2. Патент США 6797048. МПК С 04В 035/19; С 04В 035/64; А 61К 006/27; С 03С 003/04. Method for preparing glass-ceramic. 2004 (прототип).